

M1971-90  
N. NAKAJIMA  
etal.

日 本 国 特 許 庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

#4  
plw  
10-15-01

JC961 U.S. PTO  
09/841953  
04/25/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 4月26日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-126594

出 願 人

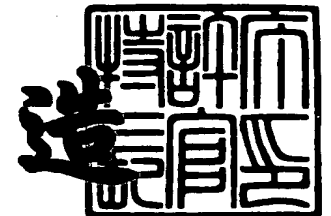
Applicant (s):

富士電機株式会社

2000年12月15日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2000-3104498

【書類名】 特許願

【整理番号】 00P00282

【提出日】 平成12年 4月26日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C03B 19/00  
C03C 23/00  
G11B 5/84

【発明の名称】 磁気記録媒体用ガラス基板の洗浄方法、該洗浄方法により洗浄された磁気記録媒体用ガラス基板、および該基板を使用した磁気記録媒体

【請求項の数】 5

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

【氏名】 中島 典彦

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

【氏名】 倉田 昇

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

【氏名】 安宗 善史

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号 富士電機株式会社内

【氏名】 志渡 幹

【特許出願人】

【識別番号】 000005234

【氏名又は名称】 富士電機株式会社

【代理人】

【識別番号】 100077481

【弁理士】

【氏名又は名称】 谷 義一

【選任した代理人】

【識別番号】 100088915

【弁理士】

【氏名又は名称】 阿部 和夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100106998

【弁理士】

【氏名又は名称】 橋本 傳一

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013424

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9707403

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体用ガラス基板の洗浄方法、該洗浄方法により洗浄された磁気記録媒体用ガラス基板、および該基板を使用した磁気記録媒体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 磁気記録媒体用ガラス基板を溶液により洗浄する磁気記録媒体用ガラス基板の洗浄方法であって、前記溶液が比抵抗  $10\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上の純水を電気分解することにより得られる、アノード側のアノード水であることを特徴とする洗浄方法。

【請求項 2】 前記アノード水が、0 より多く  $100\text{ mM}$  以下の濃度の塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、リンゴ酸、クエン酸、およびコハク酸から選択される電解質を含むことを特徴とする請求項 1 に記載のガラス基板の洗浄方法。

【請求項 3】 前記溶液が、比抵抗  $10\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上の純水に  $0.1\text{ ppm}$  以上  $10,000\text{ ppm}$  以下の酸素またはオゾンを含む水であることを特徴とする請求項 1 に記載のガラス基板の洗浄方法。

【請求項 4】 請求項 1 から 3 の何れか 1 項に記載の方法で洗浄された磁気記録媒体用ガラス基板。

【請求項 5】 請求項 4 に記載の磁気記録媒体用ガラス基板上に少なくとも磁性層及び保護層が順次形成され、さらにその表面に液体潤滑層が形成されている磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は固定磁気ディスクのような記憶装置に使用される磁気記録媒体用基板の洗浄方法に関する。さらに、本発明は、該洗浄方法により洗浄された磁気記録媒体用基板、および該磁気記録媒体用基板を用いた磁気記録媒体に関する。

【0002】

【従来の技術】

磁気記録媒体、特に磁気ディスク装置は、急激な高記憶密度化が進んでいる。磁気ディスク装置は高速回転する記憶媒体（ディスク）上を、ヘッドを僅かに浮

上させて走査させることによってランダムアクセスを実現しているが、高記憶密度と高速アクセスを両立させるためには、磁気ディスクの回転数を上げることと、磁気ディスクとヘッドの間隔（ヘッド浮上量）を小さくすることが求められる。磁気ディスクの基板材料は、従来アルミニウム（A l）にニッケルーリン（N i - P）メッキを施した基板が主流であったが、高剛性で高速回転させても変形しづらく、表面の平滑性の高いガラス基板が使われるようになってきている。

#### 【 0 0 0 3 】

ガラス基板の製造工程では、表面を研磨する研磨の工程があるが、この研磨工程で使用される砥粒や研磨粉を後の工程で除去しなければならない。このような砥粒や研磨粉を除去する目的で、洗浄が行なわれる。この洗浄は、酸（希フッ酸など）洗浄とアルカリ洗浄を順次行なうのが一般的であるが、特に酸洗浄において異常エッチングにより表面が粗れたり、微小欠陥（潜傷）が発生したりする。表面粗度が大きくなると、ヘッドの安定な浮上を阻害してしまう。また、潜傷部は、成膜が正常に行なわれないために磁気特性に影響し、読み書きのエラー要因となってしまう問題がある。表面粗度が大きくなったり、潜傷が発生しないようにするため、酸洗浄を行なわないと、砥粒や研磨粉が十分に除去できず、これらが表面に残る。これらもまたヘッドの安定な浮上を阻害したり、エラーの要因になる。

#### 【 0 0 0 4 】

さらに、酸薬液を排水するには、法律或いは条例によって決められた排水基準を満たさなければならず、そのための廃水処理が必要となる。

#### 【 0 0 0 5 】

##### 【発明が解決しようとする課題】

このように、ガラス基板は、磁気記録媒体の基板として有用であるが、上記のような研磨工程での砥粒や研磨粉の除去、並びに酸薬液の排水に問題があった。

#### 【 0 0 0 6 】

従って、本発明は、磁気ディスク用ガラス基板の表面に潜傷などのダメージを与えずに、研磨工程において付着する砥粒や研磨粉等の汚れを取り除くことができるガラス基板の洗浄方法を提供することを目的とする。さらに、本発明は、該

洗浄方法により得られる磁気記録媒体用ガラス基板を提供することを目的とする。さらに本発明は、該磁気記録媒体用ガラス基板を用いた磁気記録媒体を提供することを目的とする。

#### 【0007】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、以下の本発明によって解決される。

#### 【0008】

すなわち、本発明の第一は、磁気記録媒体用ガラス基板を溶液により洗浄する磁気記録媒体用ガラス基板の洗浄方法であって、前記溶液が比抵抗  $10\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上の純水を電気分解することにより得られる、アノード側のアノード水であることを特徴とする洗浄方法である。本発明においては、前記アノード水が、0 より多く  $100\text{mM}$  以下の濃度の塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、リンゴ酸、クエン酸、およびコハク酸から選択される電解質を含んでいてもよい。さらに、本発明では、前記溶液が、比抵抗  $10\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上の純水に  $0.1$  以上  $10,000\text{ppm}$  以下の酸素またはオゾンを含む水であってもよい。

#### 【0009】

本発明の第二は、上記第一の発明で洗浄された磁気記録媒体用ガラス基板に関する。

#### 【0010】

本発明の第三は、第一の発明の洗浄方法で洗浄された磁気記録媒体用ガラス基板上に少なくとも磁性層及び保護層が順次形成され、さらにその表面に液体潤滑層が形成されている磁気記録媒体に関する。

#### 【0011】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

#### 【0012】

まず、本発明の第一の側面について説明する。

#### 【0013】

第一の発明は、磁気記録媒体用ガラス基板の洗浄方法である。本発明の洗浄方法においては、洗浄溶液として純水を電気分解することにより得られる、アノード側のイオン水を使用することを特徴とする。

## 【 0 0 1 4 】

本発明では、洗浄液を電気分解により得る。電気分解は、正および負の電極を隔膜で隔てることにより、アノード側およびカソード側に分かれた構造を持つ電解槽で水を電気分解することによって行われる。本発明では、電気分解により得られるイオン水のうち、アノード側のイオン水を使用する。本明細書において、このようなアノード側のイオン水を単にアノード水とも称する。

## 【 0 0 1 5 】

また、電気分解に使用される水には、純水が用いられる。純水は、比抵抗が  $10\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上であることが好ましい。

## 【 0 0 1 6 】

本発明では、電気分解において、電解を安定させる目的で微量の電解質を純水に添加してもよい。この電解質を含む純水を電気分解し、得られたアノード水を洗浄液として使用することができる。従って、本発明では、所定濃度の電解質を含有するアノード水を使用することができる。

## 【 0 0 1 7 】

洗浄水に含まれる電解質の濃度は可能なかぎり低濃度が好ましい。これは、電解質濃度が高いと廃水処理が必要になり、従来の酸洗浄と同様の問題点を有することとなるからである。従って、電解質の濃度としては、洗浄に使用するアノード水が、0 より多く  $100\text{mM}$  以下の電解質を含むことが好ましい。また、本発明で使用できる電解質は、無機酸、例えば塩酸、硫酸、硝酸、リン酸など、または有機酸、例えばリンゴ酸、クエン酸、コハク酸などから選択されるが、これらに限定されない。本発明では、アノード水は、これら電解質を2種以上含んでもよい。

## 【 0 0 1 8 】

さらに、本発明では、前記溶液が、比抵抗  $10\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上の純水に0.1以上10,000ppm以下の酸素またはオゾンを含む水であってもよい。本明

細書において、比抵抗  $10\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上の純水に酸素を含むものを酸素水、オゾンを含むものをオゾン水と称する。

## 【 0 0 1 9 】

従来の酸洗浄液の代わりに上述のようなアノード水、電解質を含有するアノード水、酸素水またはオゾン水を用いると表面粗れや潜傷が発生しないことが本発明により明らかとなった。

## 【 0 0 2 0 】

本発明で使用するガラス基板は、特に限定されないが、磁気記録媒体用ガラス基板として使用するガラス基板が好ましい。このようなガラス基板としては、例えば、アルミノシリケートガラス、ソーダライムガラス等の基板を挙げることができる。また、本発明では、例えばリチウムシリケート系ガラスのようなガラス基板を使用することもできる。本発明においては、化学強化しうるガラス基板を使用することもできる。ここで、化学強化されたガラス基板とは、溶融塩に浸漬するなどして表面のリチウムやナトリウムのようなアルカリを、それぞれナトリウムやカリウムのようなより原子量の大きなアルカリに置換して表面に圧縮応力をかけたガラス基板をいう。

## 【 0 0 2 1 】

以下に本発明の洗浄方法を、磁気記録媒体用ガラス基板の作成、ガラス基板の洗浄の各工程に分けて、順を追って具体的に説明するが、これは本発明を制限するものではない。

## 【 0 0 2 2 】

## (基板の作成)

ガラス基板を、従来の方法により成形する。得られたガラス基板を酸化セリウム及びコロイダルシリカ等の研磨剤を用いて、所望の粗さ（例えば、表面粗さ（ $R_a$ ）＝ $0.3 \sim 0.5\text{nm}$ ）に研磨する。次に、研磨したガラス基板を中性洗剤及びポリビニルアルコール（PVA）スポンジ等を用いてこすり洗いする。これにより粗基板を作成する。

## 【 0 0 2 3 】

## (ガラス基板の洗浄)



本発明の洗浄方法は、上述のようなアノード水、電解質を含むアノード水、酸素水またはオゾン水から選択される洗浄液を使用する方法である。

【 0 0 2 4 】

ガラス基板の洗浄は、浸漬洗浄、振動洗浄などの方法、あるいはこれらの方法を組み合わせて用いることにより行われる。さらに、上記各洗浄方法に、当業者に周知の洗浄方法を併用させてもよい。代表的な洗浄方法について以下に説明する。

【 0 0 2 5 】

1. 振動洗浄方法

振動洗浄方法は、超音波振動またはバブリングによって洗浄液に振動を与えて洗浄液中に小さな気泡を発生させ、これが破壊消滅するときに生ずるキャビテーションの作用により、基板表面についた汚れを落とす洗浄方法である。本発明では、洗浄液として、上記本発明の洗浄液を使用すればよい。このような振動洗浄方法は、単独で用いることも可能であるが、後述する浸漬洗浄方法と併用することにより、パーティクルの除去効果をより一層高めることが可能である。

【 0 0 2 6 】

振動洗浄方法に用いる洗浄液の温度は、洗浄液の沸点以下であれば特に限定されないが、10℃から50℃の温度範囲が好ましい。振動により十分な洗浄効果を得ることができる場合には特に温度を上げる必要はない。本発明では、常温でも十分な洗浄効果を得ることができる。

【 0 0 2 7 】

また、洗浄時間は、1から10分、好ましくは1から5分間である。

【 0 0 2 8 】

2. 浸漬洗浄方法

浸漬洗浄方法は、基板の洗浄液への浸漬を行うものであり、本発明では、洗浄液として、上記本発明の洗浄液を使用すればよい。

【 0 0 2 9 】

洗浄に用いる洗浄液の温度は、10℃から50℃の温度範囲に維持することが好ましい。本発明では、常温でも十分な洗浄効果を得ることができる。

## 【 0 0 3 0 】

また、十分な洗浄効果を得るためには、1 から 1 0 分、好ましくは 1 から 5 分間にわたって基板を洗浄液中に浸漬する。

## 【 0 0 3 1 】

## 3. 浸漬－振動洗浄方法

上述のように実施される、浸漬洗浄方法と振動洗浄方法とを併用することにより、ガラス基板の洗浄効果をより一層高めることが可能である。すなわち、浸漬洗浄方法による洗浄の後に、振動洗浄方法による洗浄を行う逐次法を用いることで、基板表面上に残存するパーティクルをさらに効果的に除去することができる。

## 【 0 0 3 2 】

洗浄温度、洗浄時間は、上記各方法で説明したものと同一であるが、浸漬洗浄方法と振動洗浄方法とを併用することで、より一層効果の高まることが期待できる場合は、必要に応じてさらに時間を短くすることも可能である。

## 【 0 0 3 3 】

また、他の洗浄方法として、洗浄液をシャワーまたはスプレー等により基板にかける方法も可能である。さらに、スピンリンス法、スラブ法等の洗浄方法も可能である。これら洗浄方法において、シャワー法では、例えば洗浄液を 3 0 0 から 2 0 0 0 m l / 分・枚使用して洗浄することができる。また、スピン法では、基板を、例えば 2 0 から 3 0 0 r p m の速度で回転させながら、洗浄液を 3 0 0 から 2 0 0 0 m l / 分・枚使用して洗浄することができる。さらに、スクラブ法では、PVA スポンジを使用して本発明の洗浄液で洗浄することができる。

## 【 0 0 3 4 】

本発明のガラス基板の洗浄方法では、洗浄を行った後、超純水のような溶剤でガラス基板を洗浄し、洗浄液を十分に洗い流す。

## 【 0 0 3 5 】

本発明では、洗浄の後、さらにアルカリ洗浄を行う。すなわち、本発明の洗浄液で洗浄し、さらに十分に洗浄液を洗い流したガラス基板を、アルカリ洗浄液で洗浄し、次いで超純水のような溶剤でガラス基板を洗浄し、アルカリ溶液を十分

に洗い流す工程を行う。アルカリ洗浄に使用する洗浄液は、特に限定されない。従来から使用されている洗浄液（例えば、花王製、KS3030 2%）を使用することができる。また、洗浄時間、洗浄方法も当業者に周知の条件で行いうる。

【0036】

本発明の洗浄液での洗浄およびアルカリ洗浄の後の、超純水のような溶剤での洗浄は、当業者に周知の方法で行うことができる。例えば、超純水で洗浄する場合、洗浄液として $18\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上の比抵抗値を有する超純水を用いることができる。

【0037】

次に、洗浄したガラス基板を乾燥する。乾燥は、例えばイソプロピルアルコール（IPA）の蒸気を使用して蒸気乾燥を行えばよい。

【0038】

以上のようにして、ガラス基板を得ることができる。このガラス基板を用いて、後述する各評価を行う。

【0039】

次に、本発明の洗浄方法を評価するために、後述する磁気記録媒体のエラー数を計測する。このため、本発明の洗浄方法により洗浄されたガラス基板を用いて磁気記録媒体を作成した。以下に作成方法の概略を述べる。

【0040】

（磁気記録媒体の作成）

磁気記録媒体は、本発明の洗浄方法を用いて得られたガラス基板に磁性層等を積層して作成する。

【0041】

洗浄されたガラス基板上に非磁性金属層をスパッタ法等で形成し、次いで、この非磁性金属層上に非磁性下地層をコートし、その上に磁性層及び保護層を順次スパッタ法等で形成する。この後、溶媒で希釈した潤滑剤を前記保護層の表面にディップコート法等で塗布する。

【0042】

本発明においては、前記非磁性金属層が、ニッケル－アルミニウム（N i - A l）であり、非磁性下地層がクロム（C r）であり、磁性層がコバルト－クロム－白金（C o - C r - P t）系であり、保護層がカーボン（C）であることが好ましい。

【 0 0 4 3 】

次に、本発明の洗浄方法を評価する目的で以下の 5 項目についてガラス基板及び磁気記録媒体の評価を行った。

【 0 0 4 4 】

以下に具体的に説明する。

【 0 0 4 5 】

（エッチング量）

エッチングは、薬液（後述する実施例の欄の表 1 に記載の洗浄溶液） 1 0 0 m l に洗浄したガラス基板を 3 0 分浸漬し、乾燥した後の重量と、浸漬前の重量の差を求め、エッチング量（m g / 枚）として評価した。

【 0 0 4 6 】

エッチング力が小さいことは、洗浄によりガラス表面が変化を受けていないことの指針となる。

【 0 0 4 7 】

（基板表面の組成）

ガラス基板の表面を X 線光電子分光法（X P S）により測定し、ガラス基板表面の炭素（C）、酸素（O）、ケイ素（S i）、アルミニウム（A l）、ナトリウム（N a）、カリウム（K a）、及びカルシウム（C a）の各元素組成を求める。これらの値を比較することにより、洗浄液の種類によりガラス表面の状態が変化するかどうかの指針が得られる。

【 0 0 4 8 】

（洗浄性）

洗浄性を基板表面のパーティクルの除去率として評価する。測定は、光学式パーティクルカウンタにより洗浄後の基板表面のパーティクル数を計数することにより行う。結果は、洗浄前と洗浄後のパーティクル数を比較し、パーティクル除

去率として表す。パーティクルは $0.5\mu\text{m}$ 以上を計測する。

【0049】

得られた結果からは、洗浄によりどの程度パーティクルが除去されうるかが解り、洗浄の効果の指針となる。

【0050】

(潜傷密度)

光学顕微鏡( $\times 200$ )で潜傷の数を計測する。計測は、5視野 $\times$ 5枚行い、平均値を求め、 $1\text{mm}^2$ あたりの個数で表す。

【0051】

この評価では、潜傷密度が $1\text{個}/\text{mm}^2$ 以下であることが好ましい。潜傷密度が高いと、成膜に影響し、エラーが発生しやすくなる。

【0052】

(エラー数)

本発明の洗浄方法により洗浄されたガラス基板を用いて作成した磁気記録媒体のエラー数をR/Wテスターにより計測する。エラー数は、一枚あたりのエラービット長として表わされる。

【0053】

次に、本発明の第二の側面について説明する。

【0054】

本発明の第二は、上記第一の発明により洗浄されたガラス基板である。

【0055】

本発明のガラス基板は、上記基板の作成に従って作成され、上述の洗浄方法に従って洗浄されることを特徴とする。

【0056】

具体的には、ガラス基板を、従来の方法により成形し、得られたガラス基板を研磨剤を用いて、所望の粗さに研磨する。次に、研磨したガラス基板を洗浄する。これにより粗基板を作成する。次いで、本発明の洗浄液を使用し、浸漬洗浄、振動洗浄などの方法、あるいはこれらの方法を組み合わせて用いることにより洗浄する。上記粗基板の作成、洗浄方法の詳細は、上記第一の発明の「基板の作成

」および「ガラス基板の洗浄」で説明したとおりである。

【 0 0 5 7 】

また、第二の発明で使用するガラス基板は、第一の発明で説明したのと同じ材料のガラス基板である。

【 0 0 5 8 】

次に、本発明の第三の側面について説明する。

【 0 0 5 9 】

本発明の第三は、上記第一の発明により洗浄されたガラス基板を使用した磁気記録媒体に関する。

【 0 0 6 0 】

図 1 に本発明の磁気記録媒体の一態様を示す。図 1 は、本発明の磁気記録媒体の構造断面図である。

【 0 0 6 1 】

本発明では、上記第一の発明で洗浄されたガラス基板を基板 1 として使用する。その上に非磁性金属層 2、非磁性下地層 3、磁性層 4、保護層 5 及び液体潤滑層 6 を順次形成し、磁気記録媒体とする。上記非磁性金属層 2、非磁性下地層 3、磁性層 4、保護層 5 及び液体潤滑層 6 は、従来から使用されている材料を使用することができる。具体的には、非磁性金属層 2 は、例えば Ni - Al よりなる金属層であり、非磁性下地層 3 は、例えば Cr よりなる下地層であり、磁性層 4 は Co 合金、例えば強磁性合金である Co - Cr - Pt、Co - Cr - Ta などであり、保護層 5 は、例えばカーボン保護層などであり、更に液体潤滑層 6 はパーフルオロポリエーテル系潤滑剤のようなフッ素系潤滑剤等である。

【 0 0 6 2 】

本発明の磁気記録媒体を図 1 により説明したが、この構造は一例であり、磁気記録媒体の目的に応じて種々の変更が可能である。また、形状は本発明の磁気記録媒体を使用する機器に合わせることができ、特に限定されない。例えば、HDD に使用されるような磁気記録媒体であれば図 1 に示される円盤状の記録媒体であればよい。

【 0 0 6 3 】

次に、この磁気記録媒体の製造方法について説明する。該製造方法は、ガラス基板を加工することによって所望の形状を有するガラス基板を得る工程と、ガラス基板を研磨する研磨工程と、研磨されたガラス基板を洗浄する洗浄工程と、前記洗浄されたガラス基板の上面に上記記録を可能とする層構造を積層する工程とを少なくとも具備する。本発明では、上記第一の発明で説明した洗浄方法を洗浄工程として使用することを特徴とする。

## 【 0 0 6 4 】

ガラス基板を得る任意の工程およびガラス基板を研磨する工程は、上記第一の発明の「基板の作成」で説明したガラス基板 1 の作成方法に従ってガラス基板 1 を製造する。ガラス基板 1 には、上記第一の発明で説明した材料を使用することができる。

## 【 0 0 6 5 】

ガラス基板を洗浄する洗浄工程は、上記第一の発明の「ガラス基板の洗浄」で説明した通りである。

## 【 0 0 6 6 】

ガラス基板の上面に磁気記録を可能とする層構造を積層する工程は、洗浄されたガラス基板上に非磁性金属層 2 をスパッタ法等で形成し、次いで、この非磁性金属層 2 上に非磁性下地層 3 をコートし、その上に磁性層 4 及び保護層 5 を順次形成する。この後、溶媒で希釈した潤滑剤を前記保護層 5 の表面に塗布する。

## 【 0 0 6 7 】

本発明においては、非磁性金属層 2 が、Ni-Al であり、前記非磁性下地層 3 が Cr 層であり、前記磁性層 4 が Co-Cr-Pt 合金層であることが好ましい。

## 【 0 0 6 8 】

非磁性下地層 3、磁性層 4 及び保護膜 5 は、これらが例えば Cr 非磁性下地層、Co-Cr-Pt 磁性合金層及びカーボン保護膜である場合、スパッタ法によって形成することができる。また、保護層 5 がカーボン保護層である場合、通常のグラファイトを主体としたカーボン保護層であっても DLC 保護層であってもよい。また、潤滑層 6 は、ディップコート法、スピンコート法等により塗布する

ことができる。

【 0 0 6 9 】

これらの非磁性金属層 2、非磁性下地層 3、磁性層 4、保護層 5 及び潤滑層 6 の厚さは通常の磁気記録媒体で用いられる厚さである。なお、上記の構成は本発明を限定するものではない。

【 0 0 7 0 】

【実施例】

以下に本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。

【 0 0 7 1 】

実施例 1

(基板の作成と洗浄)

酸化セリウム及びコロイダルシリカを用いて、表面粗さ (R a) を 0. 3 から 0. 5 n m に研磨したアルミノシリケート系ガラス基板を中性洗剤と P V A スポンジを用いて、擦り洗いし、粗基板を得た。この後得られた粗基板をアノード水 (比抵抗 1 8 M  $\Omega$   $\cdot$  c m の純水から電気分解により調製した。) に浸漬し、超音波 (4 0 M H z) をかけながら 5 分間洗浄を行った。その後、純水を用いて十分に濯いだ。

【 0 0 7 2 】

次に、基板をアルカリ洗浄した。アルカリ洗浄は、ガラス基板をアルカリ洗浄液 (花王製、K S 3 0 3 0 2 % 4 5  $^{\circ}$  C) に浸漬し、超音波 (4 0 M H z) を 5 分間かけることにより行った。その後、1 8 M  $\Omega$   $\cdot$  c m 以上の超純水を用いて十分に濯ぎ、次いで、I P A で蒸気乾燥を行った。これにより洗浄した基板を得た。

【 0 0 7 3 】

上記操作により複数の基板を得、基板状態で評価する一部の基板を保存した後、残りの基板を用いて、以下の成膜法により磁気記録媒体を作成した。

【 0 0 7 4 】

(磁気記録媒体の作成)

洗浄の完了した基板に、スパッタ法を用いて、N i - A l 非磁性金属層、C r



非磁性下地層、C o - C r - P t 系磁性層、カーボン保護層を順次形成した。得られたディスクのカーボン保護層上にディップコート法によりフッ素系液体潤滑剤（フオンブリンZ-DOL（商品名）（アウジモント社製））を塗布し、磁気記録媒体を得た。

【 0 0 7 5 】

実施例 2

洗浄液として、0. 5 m M の H C l を含むアノード水を使用した以外、実施例 1 と同様に基板及び磁気記録媒体を作成した。

【 0 0 7 6 】

実施例 3

洗浄液として、0. 2 5 m M のリンゴ酸を含むアノード水を使用した以外、実施例 1 と同様に基板及び磁気記録媒体を作成した。

【 0 0 7 7 】

実施例 4

洗浄液として、1 0 0 0 p p m の酸素を含む酸素水を使用した以外、実施例 1 と同様に基板及び磁気記録媒体を作成した。

【 0 0 7 8 】

実施例 5

洗浄液として 1 0 0 0 p p m のオゾンを含むオゾン水を使用した以外、実施例 1 と同様に基板及び磁気記録媒体を作成した。

【 0 0 7 9 】

比較例 1 から 4

本発明との対比のための比較例 1 から 4 を以下に示す。以下の比較例は、洗浄液を本発明以外のものに変更した場合の例である。

【 0 0 8 0 】

比較例 1

（基板の作成と洗浄）

酸化セリウム及びコロイダルシリカを用いて、表面粗さ（R a）を 0. 3 から

0.5 nmに研磨したアルミノシリケート系ガラス基板を中性洗剤とPVAスポンジを用いて、擦り洗いした後に、酸洗浄液（0.05 Mフッ酸水溶液）に浸漬し、超音波（40 MHz）をかけながら5分間洗浄を行った。その後、純水を用いて十分に濯いだ。

#### 【0081】

次に、酸洗浄を行った上記基板をアルカリ洗浄した。アルカリ洗浄は、ガラス基板をアルカリ洗浄液（花王製、KS3030 2% 45℃）に浸漬し、超音波（40 MHz）を5分間かけることにより行った。その後、酸洗浄と同様に18 MΩ・cm以上の超純水を用いて十分に濯ぎ、次いで、IPAで蒸気乾燥を行った。これにより洗浄した基板を得た。

#### 【0082】

上記操作により複数の基板を得、基板状態で評価する一部の基板を保存した後、残りの基板を用いて、以下の成膜法により磁気記録媒体を作成した。

#### 【0083】

##### （磁気記録媒体の作成）

洗浄の完了した基板に、スパッタ法を用いて、Ni-Al非磁性金属層、Cr非磁性下地層、Co-Cr-Pt系磁性層、カーボン保護層を順次形成した。得られたディスクのカーボン保護層上に、ディップコート法によりフッ素系液体潤滑剤（フォンブリンZ-DOL（商品名）（アウジモント社製））を塗布し、磁気記録媒体を得た。

#### 【0084】

##### 比較例2

酸洗浄液に0.025 M珪フッ酸水溶液を使用した以外、比較例1と同様に洗浄した基板及び磁気記録媒体を作成した。

#### 【0085】

##### 比較例3

酸洗浄液に0.05 M塩酸水溶液を使用した以外、比較例1と同様に洗浄した基板及び磁気記録媒体を作成した。

#### 【0086】

比較例 4

酸洗浄液に 0. 0 5 M 酢酸水溶液を使用した以外、比較例 1 と同様にして洗浄した基板及び磁気記録媒体を作成した。

【 0 0 8 7 】

便宜のため、上記実施例 1 から 5 及び比較例 1 から 4 の洗浄条件を表 1 にまとめた。

【 0 0 8 8 】

【表 1】

表 1 洗浄溶液

	洗浄液	
	種 類	添 加 剤
実施例 1	アノード水	純水 (1 8 M $\Omega$ )
実施例 2	アノード水	0. 5 m M H C l
実施例 3	アノード水	0. 2 5 m M リンゴ酸
実施例 4	酸素水	1 0 0 0 p p m の酸素
実施例 5	オゾン水	1 0 0 0 p p m のオゾン
比較例 1	0. 0 5 M フッ酸	—
比較例 2	0. 0 2 5 M 珪フッ酸	—
比較例 3	0. 0 5 M 塩酸	—
比較例 4	0. 0 5 M 酢酸	—

【 0 0 8 9 】

以上のようにして得られた基板、及び磁気記録媒体について以下に示すような評価を行った。

【 0 0 9 0 】

(評価法)

評価法の概略を表 2 にまとめて示した。

【 0 0 9 1 】

【表 2】

表 2 ガラス基板の評価法

No.	項 目	評価方法	サンプル
1	エッチング量	洗浄液と同濃度の薬液 1 0 0 ml に 3 0 分浸漬して、その前後の乾燥重量差を求める。	ガラス基板
2	表面組成	X線光電子分光法 (XPS)	ガラス基板
3	洗浄性	光学式パーティクルカウンタにて洗浄後の基板表面のパーティクル数を測定する。0. 5 $\mu$ m 以上。	ガラス基板
4	潜傷密度	光学顕微鏡 ( $\times 200$ )、5 視野 $\times$ 5 枚の平均値	ガラス基板
5	エラー数	R/W テスター	磁気記録媒体

## 【0092】

表 2 に示されるように、評価は、評価項目 1 から 5 について行った。評価項目 1 から 4 はガラス基板についての評価であり、評価項目 5 は磁気記録媒体に対する評価である。

## 【0093】

以下に具体的に説明する。

## 【0094】

(エッチング量)

先に説明した洗浄の洗浄液と同濃度の薬液 (上記表 1 記載の洗浄液) 1 0 0 ml に基板を 3 0 分浸漬し、乾燥した後の重量を秤量する。浸漬前の重量とこの浸漬後の重量との差を求め、エッチング量 (mg/枚) とした。基板 5 枚を試料として使用した。

## 【0095】

結果を図 2 に示した。

## 【0096】

図から明らかなように、アノード水、電解質を含むアノード水、酸素水、およびオゾン水を用いた場合（実施例 1 から 5）は、基板の減量は観測されなかった。従って、エッチング力が小さく、潜傷の発生が防止できると評価できる。

## 【0097】

一方、洗浄液に酸溶液を用いた比較例では、減量が観測された。特に、フッ酸及び珪フッ酸溶液を用いた比較例 1 及び 2 では、減量が大きかった。また、比較例であっても、塩酸又は酢酸を用いた場合には、減量は比較的小さかった。ガラス組成の微視的な不均一部分は、溶出挙動も正常部分とは異なると考えられるので、溶出（減量）があるということは潜傷発生の可能性がある。

## 【0098】

（基板表面の組成）

洗浄、乾燥後のガラス基板の表面の元素組成を X 線光電子分光法（XPS）により測定した。

## 【0099】

結果を表 3 に示す。

## 【0100】

【表 3】

表 3 XPS による表面分析結果

	C	O	Si	Al	Na	K	Ca
実施例 1	4.2	55.4	32.5	6.2	0.3	0.8	0.6
実施例 2	4.1	55.8	31.7	6.7	0.3	0.9	0.5
実施例 3	4.6	54.1	32.7	6.9	0.3	0.9	0.5
実施例 4	4.2	55.2	32.2	6.7	0.3	0.8	0.6
実施例 5	4.6	54.7	32.4	6.6	0.3	0.8	0.6
比較例 1	5.8	57.8	35.3	0.9	0.2	0	0
比較例 2	6.1	57.5	36.4	0	0	0	0
比較例 3	5.6	55.5	31.7	5.7	0.3	0.8	0.4
比較例 4	5.2	55.1	31.5	6.6	0.3	0.9	0.4

## 【0101】

表に示されるように、洗浄液にフッ酸及び珪フッ酸溶液を用いた比較例1及び2では、アルカリ（ナトリウム、カリウム）及びカルシウムがほとんど検出されなかった。この結果は、実施例1から5および比較例3から4の結果と比べ、大きく異なる。これは、比較例1および2では、アルカリやカルシウムがガラス表面から選択的に溶出され、表面状態が変化していることを示している。

## 【0102】

## （洗浄性）

洗浄性を基板表面のパーティクルの除去率として評価した。測定は、光学式パーティクルカウンタにより洗浄後の基板表面のパーティクル数を計数することにより行った。結果は、洗浄前と洗浄後のパーティクル数を比較し、パーティクル除去率として図3に示した。パーティクルは $0.5\mu\text{m}$ 以上を計測した。

## 【0103】

図から明らかなように、本発明の方法により洗浄液にアノード水、電解質を含むアノード水、酸素水、およびオゾン水を用いた場合は、ほぼパーティクルが除去されているのに対し、洗浄液にフッ酸、珪フッ酸溶液をそれぞれ用いた比較例1および2、並びに、洗浄液に塩酸、酢酸をそれぞれ用いた比較例3および4では、本発明の方法に比べ、パーティクル除去率は低かった。特に、比較例4に比べ、本発明の方法は大幅に優れる。

## 【0104】

## （潜傷密度）

光学顕微鏡（ $\times 200$ ）で潜傷の数を計測した。計測は、5視野 $\times$ 5枚行い、平均値を求め、 $1\text{mm}^2$ あたりの個数で表した。

## 【0105】

潜傷密度を測定した結果を図4に示す。本発明の方法に従って洗浄した基板（実施例1から5）では、比較例1又は2に比較すると、潜傷密度が非常に低かった。本発明の方法で洗浄したガラス基板では、潜傷密度が1個/ $\text{mm}^2$ 以下であり、好ましい結果を得た。

## 【0106】

先に示したエッチング量の結果と一致して、比較例 1 および 2 では、潜傷密度が高かった。

【 0 1 0 7 】

(エラー数)

上記実施例および比較例に従い作成した磁気記録媒体のエラー数を R/W テスターにより計測した。エラー数は、一枚あたりのエラービット長として表した。本測定では、各実施例および比較例について 2 5 枚の磁気記録媒体を使用した。

【 0 1 0 8 】

磁気記録媒体のエラー数を測定した結果を図 5 に示す。本発明に従って洗浄された基板を使用した磁気記録媒体（実施例 1 から 5）では、比較例 1 から 4 に比べ大幅にエラー数が少ないことがわかる。比較例 1 および 2 でエラー数が高い要因は潜傷であり、比較例 3 および 4 でエラー数が高い要因はパーティクルである。

【 0 1 0 9 】

(まとめ)

以上の結果を、表 4 にまとめて示した。なお、表中で二重丸は特性が優れていることを表し、丸は特性が良好であることを表し、三角は特性がやや劣ることを表し、×は特性が劣ることを表す。

【 0 1 1 0 】

【表 4】

表 4 評価結果まとめ

	エッチング	表面組成	洗浄力	潜傷	エラー数	総合評価
実施例 1	なし	変化なし	◎	◎	◎	◎
実施例 2	なし	変化なし	◎	◎	◎	◎
実施例 3	なし	変化なし	◎	◎	◎	◎
実施例 4	なし	変化なし	◎	◎	◎	◎
実施例 5	なし	変化なし	◎	◎	◎	◎
比較例 1	あり	アルカリ溶出	△	×	×	×
比較例 2	あり	アルカリ溶出	○	×	△	×
比較例 3	なし	変化なし	×	◎	×	×
比較例 4	なし	変化なし	×	◎	×	×

## 【0 1 1 1】

実施例 1 から 5 は、ほとんどエッチング力はないが、表面が十分に洗浄されているため、洗浄後、表面にパーティクルの付着が非常に少なく、かつ潜傷も殆ど発生しなかった。従って、成膜して磁気記録媒体とした場合にエラー数が非常に少ない。

## 【0 1 1 2】

比較例 1 および 2 に用いたフッ酸や珪フッ酸にはエッチング力があるので、ある程度の洗浄力はあるが、ガラス表面の微視的な組成の不均一性にそって不均一な溶出が起こり、潜傷が発生する。これが成膜に影響し、エラー数を増大させる結果となる。

## 【0 1 1 3】

比較例 3、4 のように、ガラス成分の溶出が少ない酸を用いた場合は、エッチング力がないので、潜傷は発生しないが、洗浄力が弱いので洗浄後のパーティクルが多く、エラーを増大させることになる。

## 【0 1 1 4】

## 【発明の効果】



以上のように本発明によれば、研磨加工後のガラス基板から、表面をエッチングせずに砥粒や研磨粉等の汚れを除去することができ、潜傷がなくかつパーティクル付着量も少ない磁気ディスク基板が得られる。このような基板を用いた磁気ディスクは、エラーが非常に少ない高品質なものとなる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

磁気記録媒体の構造断面図を表す。

【図 2】

実施例 1 から 5 に従い本発明の方法により洗浄した基板と比較例 1 から 4 に従い洗浄した基板とのエッチング量を比較した結果を示すグラフである。

【図 3】

実施例 1 から 5 に従い本発明の方法により洗浄した基板と比較例 1 から 4 に従い洗浄した基板とのパーティクル除去率を測定した結果を示すグラフである。

【図 4】

実施例 1 から 5 に従い本発明の方法により洗浄した基板と比較例 1 から 4 に従い洗浄した基板との潜傷密度を測定した結果を示すグラフである。

【図 5】

実施例 1 から 5 に従い本発明の方法により洗浄した基板と比較例 1 から 4 に従い洗浄した基板との成膜後のエラー数を測定した結果を示すグラフである。

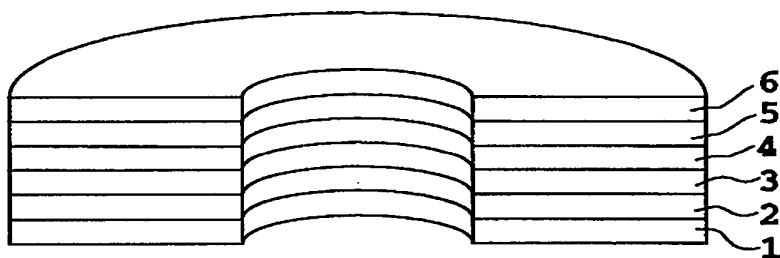
【符号の説明】

- 1     基板
- 2     非磁性金属層
- 3     非磁性下地層
- 4     磁性層
- 5     保護層
- 6     液体潤滑層

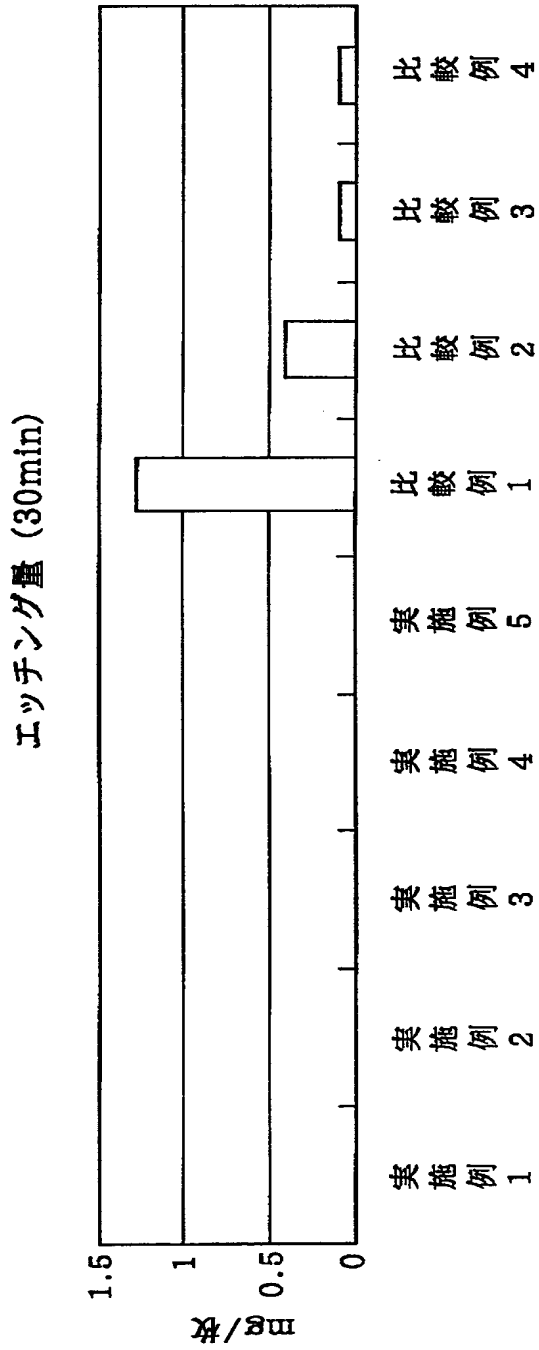
【書類名】

図面

【図 1】

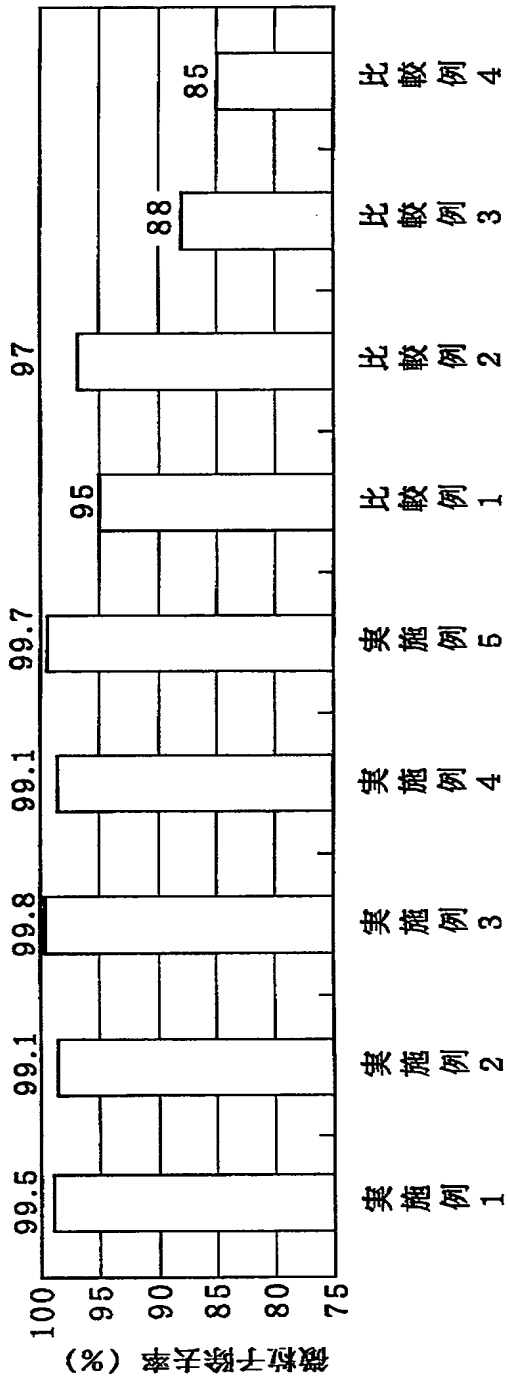


【図 2】

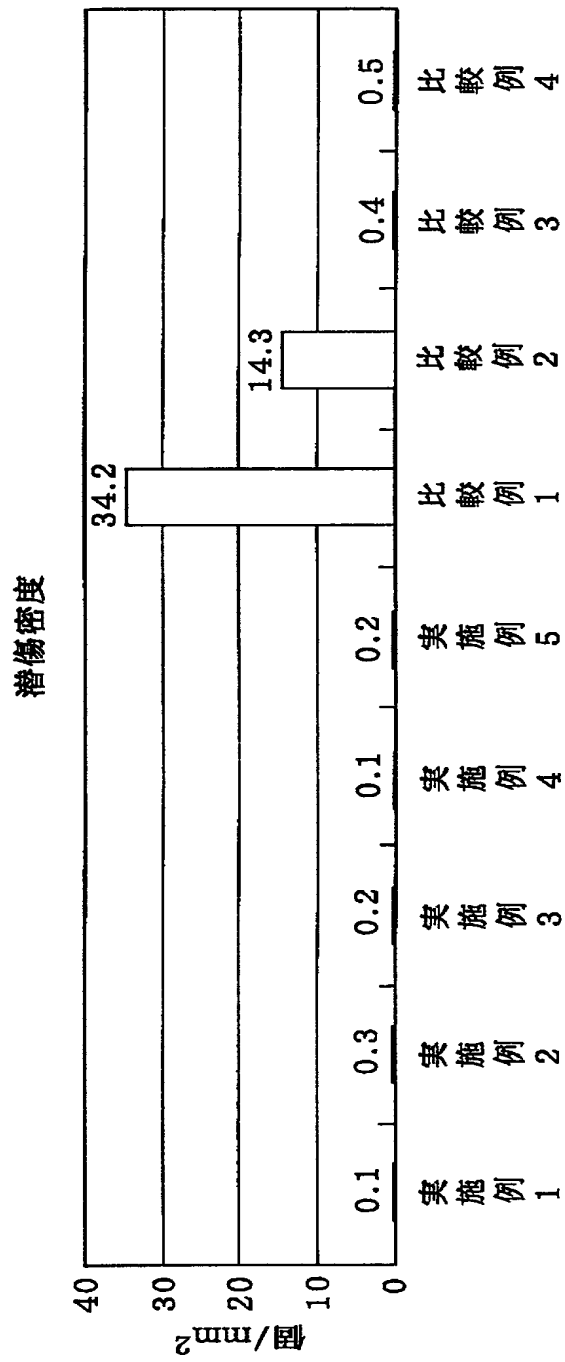


【図 3】

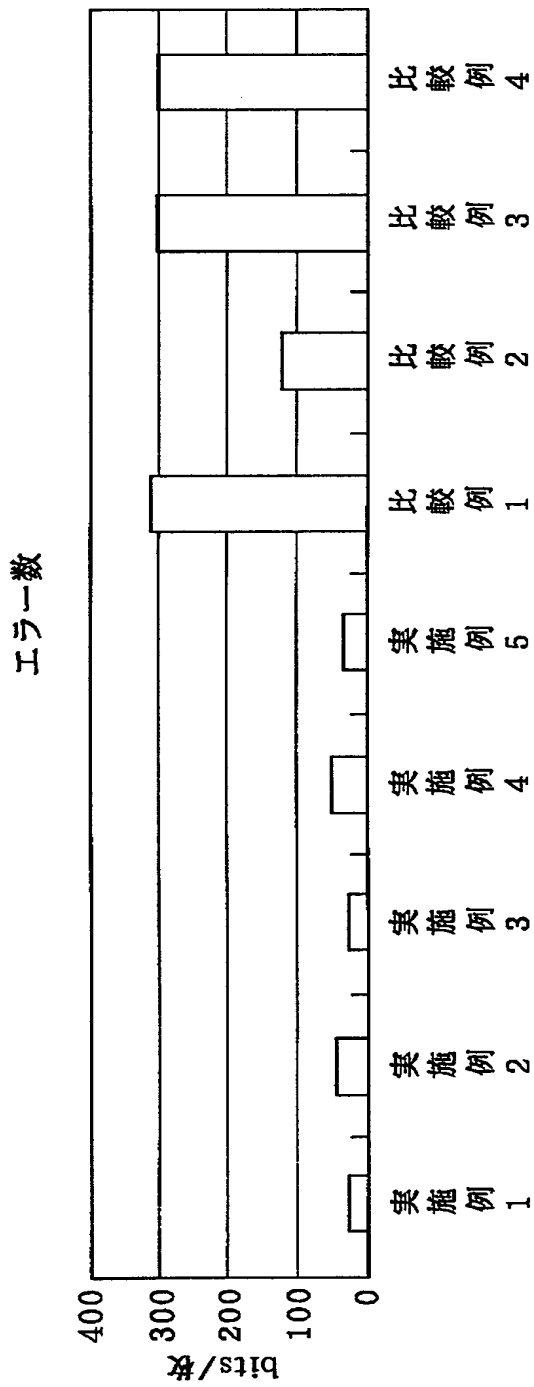
パーティクル測定結果



【図 4】



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 磁気ディスク用ガラス基板の表面に潜傷などのダメージを与えずに、研磨工程で付着する砥粒や研磨粉等の汚れを取り除き、エラーの少ない磁気ディスクを製造する。

【解決手段】 磁気記録媒体用ガラス基板を溶液により洗浄する磁気記録媒体用ガラス基板の洗浄方法であって、前記溶液が、アノード水、0より多く100mM以下の濃度の塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、リンゴ酸、クエン酸、およびコハク酸から選択される電解質を含むアノード水、0.1ppm以上10,000ppm以下の酸素またはオゾンを含む酸素水、オゾン水である方法。

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 5 2 3 4 ]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 9 月 5 日
[変更理由]	新規登録
住 所	神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号
氏 名	富士電機株式会社